YS

ICS 77.120.99

CCS H 63

中华人民共和国有色金属行业标准

 YS/T XXX-202X

高纯氧化铪

High purity hafnium oxide

（预审稿）

（在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上）

202X-XX-XX发布 202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、国核宝钛锆业股份公司、南京佑天金属科技有限公司、

本文件主要起草人：

高纯氧化铪

1 范围

本文件规定了高纯氧化铪的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单（或合同）内容。

本文件适用于制取光学镀膜、半导体镀膜、精密电子陶瓷和特种合金等的高纯氧化铪。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1479.1 金属粉末 松装密度的测定 第1部分 漏斗法

GB/T 1480 金属粉末 干筛分法测定粒度

GB/T 3249 金属及其化合物粉末费氏粒度的测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13390 金属粉末比表面积的测定 氮吸附法

YS/T 568（所有部分） 氧化锆、氧化铪化学分析方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品分类

产品按化学成分分为两个级别：HfO2-1、HfO2-2。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

表1 产品的化学成分

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品品级 | HfO2-1 | HfO2-2 |
| 化学成分，%（质量分数） | HfO2含量，不小于 | 99.95 | 99.9 |
| ZrO2/（HfO2+ZrO2），不大于 | 0.03 | 0.05 |
| 杂质含量，不大于 | Al | 0.001 | 0.002 |
| Ca | 0.002 | 0.003 |
| Cd | 0.0005 | 0.001 |
| Cl | 0.0005 | 0.001 |
| Co | 0.001 | 0.001 |
| Cu | 0.001 | 0.001 |
| Fe | 0.002 | 0.003 |
| Mg | 0.002 | 0.003 |
| Mn | 0.0005 | 0.001 |
| Mo | 0.001 | 0.002 |
| Na | 0.001 | 0.002 |
| Nb | 0.001 | 0.001 |
| Ni | 0.001 | 0.002 |
| P | 0.0005 | 0.001 |
| Pb | 0.0005 | 0.001 |
| Pt | 0.001 | 0.001 |
| S | 0.001 | 0.001 |
| Sb | 0.0005 | 0.001 |
| Sc | 0.0005 | 0.001 |
| Si | 0.002 | 0.003 |
| Sn | 0.0005 | 0.001 |
| Ta | 0.001 | 0.001 |
| Th | 0.0005 | 0.0005 |
| Ti | 0.001 | 0.001 |
| U | 0.0005 | 0.0005 |
| V | 0.0005 | 0.001 |
| W | 0.001 | 0.001 |
| Zn | 0.0005 | 0.001 |
| 注：HfO2含量（质量分数）为100%减去表1中实测杂质含量（质量分数）。 |

5.2物理性质

产品粒度规格应符合表2的规定。需方有要求时，供方应提供产品平均粒径、松装密度、比表面积的实测数据。

表2 产品的粒度分布

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 粒度规格，μm | ≤38 | ≤48 | ≤75 |
| 粒度分布 | ＞38μm不大于5% | ＞48μm不大于5% | ＞75μm不大于5% |
| 注：需方对粒度规格有其他要求时，由供需双方协商确定。 |

5.3 外观质量

产品为白色粉末，无目视可见的夹杂物。

6 试验方法

6.1 产品的化学成分分析方法按YS/T 568（所有部分）的规定进行，其中铂、钍、钪、铀的测定按附录A的规定进行。化学成分分析方法也可按供需双方协商的方法进行。

6.2 产品的粒度分布测定按GB/T 1480的规定进行。平均粒径测定方法按GB/T 3249的规定进行。

6.3 产品的松装密度测定方法按GB/T 1479.1的规定进行，或按供需双方协商的方法进行。

6.4 产品的比表面积测定方法按GB/T 13390的规定进行。

6.5 产品的外观质量用目视检查。

7 检验规则

7.1检查和验收

7.1.1 产品由供方或第三方进行检验，保证产品符合本文件及订货单（或合同）规定。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单规定不符时，应在收到产品之日起30日内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一品级、同一混合料组成。

7.3 检验项目

检验项目及取样应符合表3的规定。

表3 检验项目及取样

| 检验项目 | 取样规则 | 取样方法 | 技术要求的章条号 | 试验方法的章条号 |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 化学成分 | 产品10袋以内应全部取样，每袋取约20g；10袋及以上随机抽取20%进行取样，但不能少于10袋，每袋取约20g，混匀后采用四分法缩分，封存样不小于50g样品。产品10瓶以内任取1瓶，10～20瓶任取2瓶，20瓶以上任取4瓶，每瓶取样量不少于20g，混合均匀后检验。 | 5.1 | 6.1 |
| 粒度分布、平均粒径 | 5.2 | 6.2 |
| 松装密度 | 6.3 |
| 比表面积 | 6.4 |
| 外观质量 | 逐袋（瓶） | 5.3 | 6.5 |

每批产品出厂前应进行化学成分、粒度分布和外观质量的检测，需方有要求时，供方应提供产品平均粒径、松装密度、比表面积的实测数据。

7.4 检验结果的判定

7.4.1 检验结果的数值按GB/T8170的规定进行修约，采用修约值进行判定。

7.4.2 产品化学成分检验结果不合格时，需从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行复检，如仍有结果不合格，则判定该批为不合格。

7.4.3 平均粒径、松装密度、比表面积检验结果不合格时，需从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行复检，如仍有结果不合格，则判定该批为不合格。

7.4.4 产品外观质量不合格时，该袋（或瓶）判不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

每袋（或瓶）产品外标签上应注明：

1. 供方名称、商标；

b） 产品名称；

c） 产品牌号；

d） 产品毛重、净重；

e） 包装日期；

f） 产品批号。

8.2 包装

8.2.1 产品应内用塑料袋或塑料瓶密封包装，外用纸桶或纸箱包装。每袋重25kg±0.05kg，瓶装每瓶重1kg±0.005kg。

8.2.2 需方对包装有特殊要求时，由供需双方另行协商。

8.3 运输与贮存

8.3.1 产品在运输过程中应防止包装袋或包装瓶的破损并注意防潮。

8.3.2 产品应存放于阴凉、干燥、通风的库房，产品保质期限2年。

8.4 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

1. 产品质量保证书，内容如下：
* 产品的主要性能及技术参数；
* 产品特点（包括制造工艺及原材料的特点）；
* 对产品质量所负的责任；
* 产品获得的质量认证及带供方技术监督部门检印的各项分析检验结果。
1. 产品合格证，内容如下：
* 检验项目及其结果或检验结论；
* 批量或批号；
* 检验日期；
* 检验员签名或盖章。
1. 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；
2. 产品使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等；
3. 其他。

9 订货单（或合同）内容

订购本文件所列产品的订货单（或合同）内应包括以下内容：

a） 产品名称；

1. 产品牌号；
2. 净重和袋数（或瓶数）；
3. 包装要求；
4. 交货日期；
5. 本文件编号；
6. 其他。

附录A

（规范性附录）

高纯氧化铪化学分析方法 铂、钍、钪、铀的测定 电感耦合等离子体质谱法

警示----使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.1 适用范围

本标准规定了高纯氧化铪中铂、钍、钪和铀含量的测定方法。测定范围见表A.1。

表A.1 测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% |
| Pt | 0.00050～0.0050 |
| Th | 0.00010～0.0050 |
| Sc | 0.00010～0.0050 |
| U | 0.00010～0.0050 |

A.2 参考文件

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

A.3 原理

样品用硝酸和氢氟酸，置于微波消解仪内进行消解，以铼、铑混合内标法校正基体效应，用电感耦合等离子体质谱法测定，按工作曲线法计算各元素的质量分数，以质量分数表示测定结果。

A.5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为电子纯的试剂和实验室一级水。

A.5.1 硝酸（ρ=1.42g/mL）。

A.5.2 氢氟酸（ρ=1.13g/mL）。

A.5.3铂、钍、钪、铀、铼和铑单元素标准贮存溶液（国家标准样品/国际标准物质），质量浓度为1000μg/mL。

A.5.4混合标准溶液A：分别移取1.00mL各元素标准贮存溶液（铼、铑除外）（A.5.3）于100mL塑料容量瓶中，补加2mL硝酸（A.5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含铂、钍、钪和铀各10μg。

A.5.5混合标准溶液B：分别移取1.00mL各元素标准贮存溶液（铼、铑除外）（A.5.4）于100mL塑料容量瓶中，补加2mL硝酸（A.5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含铂、钍、钪和铀各0.1μg，用时现配。

A.5.6 铼、铑混合内标溶液C：分别移取10.00mL铼、铑标准贮存溶液（A.5.3）于100mL塑料容量瓶中，补加2mL硝酸（A.5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含铼和铑各100μg。

A.5.7 铼、铑混合内标溶液D：分别移取1.00mL铼、铑标准贮存溶液（D.5.7）于100mL塑料容量瓶中，补加2mL硝酸（A.5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含铼和铑各1μg。

A.5.8氩气、氦气（体积分数不小于99.99 %）。

A.6 仪器设备

A.6.1电感耦合等离子体质谱仪：质量分别率优于0.8u±0.1u（在10%高峰处）；配备耐氢氟酸进样系统；配备能够消除干扰离子如38Ar1H+、40Ar+和40Ar16O+等的部件。

A.6.2微波消解仪。

A.6.3各元素测定同位素见表A.2。

表A.2 各元素测定同位素

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 同位素质量数 |
| Pt | 195 |
| Th | 232 |
| Sc | 45 |
| U | 238 |

A.7 样品

将样品研磨成不大于200目的粉末。

A.8 试验步骤

A.8.1 试料

准确称取0.10g样品，精确至0.0001g。

A.8.2 测定次数

平行做两份试验，取其平均值。

A.8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.8.4 分析试液的制备

将试料（A.8.1）置于微波消解仪的高压罐中，加入3mL硝酸（A.5.1），3mL氢氟酸（A.5.2），升温时间20分钟，升温至200℃，保持20分钟，至试料完全溶解，冷却，移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.8.5 工作曲线溶液的配制

移取0mL，1.00mL，5.00mL，10.00mL，30.00mL，50.00mL混合标准溶液B（A.5.5）于一系列100mL塑料容量瓶中，补加3mL硝酸（A.5.1），3mL氢氟酸（A.5.2），用水稀释至刻度，混匀。

A.8.6 内标溶液的配制

移取1.00mL混合内标溶液D（A.5.7）于100mL塑料容量瓶中，补加3mL硝酸（A.5.1），3mL氢氟酸（A.5.2），用水稀释至刻度，混匀。

A.8.7 测定

A.8.7.1 于电感耦合等离子体质谱仪上，仪器运行稳定后，在选定仪器工作条件下，按表1推荐的同位素质量数，同时进标准系列（A.8.5）和内标溶液（A.8.6）进行校准工作曲线，各元素工作曲线相关系数在0.999以上，否则需要重新进行标准化或重新配制标准系列溶液，进行标准化。

A.8.7.2 测定分析试液（A.8.4）及空白试液（A.8.3）。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出各单元质量浓度。

A.9 试验数据处理

各元素的质量分数Wx计，以%表示，按式（1）计算：

$W\_{x}=\frac{\left（ρ\_{x}−ρ\_{0}\right）•V×10^{−9}}{m}×100\%$ (1)

ρx——试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ0——空白试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V——分析试液的体积，单位毫升（mL）；

m——试料质量，单位克（g）。

铂、钍、钪和铀元素分析结果应表示至小数点后四位，测试结果按GB/T 8170的规定修约。

A.9 精密度

A.9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）情况不超过5%。重复性限（*r*）数据采用线性内插法或外延法求得。

表A.3 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*N/% | 0.0030 | 0.0096 | 0.031 | 0.063 |
| *r*/% | 0．0036 | 0.0089 | 0.039 | 0.057 |

A.9.2 再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）情况不超过5%。再现性限（*R*）采用线性内插法或外延法求得。

表A.3 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*N/% | 0.0030 | 0.0096 | 0.031 | 0.063 |
| *R*/% | 0.0025 | 0.0097 | 0029 | 0.068 |

A.10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——结果；

——观察到的异常现象；

——试验日期。